

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **04-100505**

(43)Date of publication of application : **02.04.1992**

(51)Int.Cl.

B01D 39/20
C04B 38/00

(21)Application number : **02-218542** (71)Applicant : **TOTO LTD**

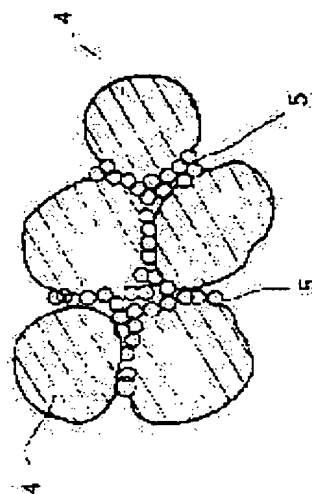
(22)Date of filing : **20.08.1990** (72)Inventor : **MAHASHI NOBUYUKI**

(54) PREPARATION OF CERAMIC FILTER

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a filter having a predetermined pore size by mixing alumina- zirconia mixed minute particles with coarse alumina particles becoming aggregate as a sintering aid so as to set the ratio of alumina to a specific value and molding the resulting mixture and subsequently sintering the same to lower sintering temp.

CONSTITUTION: Alumina-zirconia mixed minute particles 5 containing 90wt.% or less of alumina and having a mean particle size of 0.1-0.3 μ m are mixed with coarse alumina particles 4 having a mean particle size of 20-30 μ m becoming aggregate as a sintering aid so that the ratio of alumina to the whole becomes 80-99wt.% and the resulting mixture is molded and sintered. As a result, sintering temp. (e.g. 1730°C) is made low and ceramic filter having durability and a predetermined pore size can be prepared.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

⑫ 公開特許公報(A)

平4-100505

⑬ Int. Cl.⁵B 01 D 39/20
C 04 B 38/00

識別記号

3 0 4 D
Z

庁内整理番号

7059-4D
7202-4G

⑭ 公開 平成4年(1992)4月2日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 セラミックフィルタの製造方法

⑯ 特 願 平2-218542

⑰ 出 願 平2(1990)8月20日

⑱ 発 明 者 前 橋 信 之 神奈川県茅ヶ崎市本村2丁目8番1号 東陶機器株式会社
茅ヶ崎工場内

⑲ 出 願 人 東陶機器株式会社 福岡県北九州市小倉北区中島2丁目1番1号

⑳ 代 理 人 弁理士 下田 容一郎 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

セラミックフィルタの製造方法

2. 特許請求の範囲

骨材となるアルミナ粗粒子に対して、90wt %以下のアルミナを含む焼結助剤としてのアルミナ-ジルコニア混合微粒子を全体に対するアルミナの割合が80~99wt %となるように混合し、成形した後焼結するようにしたことを特徴とするセラミックフィルタの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は食品、飲料及び医薬品等の生産に利用するセラミックフィルタの製造方法に関する。

(従来技術)

食品工業や医薬品工業にあつては従来からセラミックフィルタを用いた限外濾過等によって、原液中の不要物質の除去や原液中の所定物質の濃度を高めるようにしている。

斯かるセラミックフィルタはその使用に伴って

徐々に有機物(蛋白質)によって目詰りし濾過性能が低下する。そこで、従来からアルカリや酸による洗浄で有機物を除去して濾過性能を回復するようにしている。

しかしながら、セラミックフィルタは主成分としての Al_2O_3 の他に SiO_2 や $KNaO$ 等のアルカリや酸に溶ける成分を含んでいるので、洗浄とともにこれらの成分が溶出してフィルタの強度低下を来すこととなる。

上記不利を解消するため、特開昭59-225716号にあつては、99.9%以上の高純度のアルミナを用いてフィルタを製作することが提案されており、特開昭63-197510号にあつては、焼結助剤として MgO 及び ZrO_2 を添加することが提案されている。

(発明が解決しようとする課題)

上述した従来例のうち高純度のアルミナを用いる方法では、焼結温度を高くしなければならず、特殊な焼成炉等を必要とする。

また気孔径が $10\mu m$ 程度のフィルタを得るに

は $20 \sim 30 \mu\text{m}$ のアルミナ粗粒子を焼結させなければならず、この場合焼結助剤として MgO 及び ZrO_2 を添加しても 1800°C 以上の高温で焼成しないと十分な強度が得られない。

(課題を解決するための手段)

上記課題を解決すべく本発明は、例えば粒径が $20 \sim 30 \mu\text{m}$ のアルミナ粗粒子に対して、粒径が $0.1 \sim 0.3 \mu\text{m}$ のアルミナ-ジルコニア混合微粒子を全体に対するアルミナの割合が $80 \sim 99 \text{ wt}\%$ となるように混合し、次いでこの混合体を成形した後焼結するようにした。

(作用)

アルミナ-ジルコニア混合微粒子を焼結助剤としてアルミナ粗粒子に所定割合で加えることで、焼結温度を低くして耐久性及び所定の気孔径を有するセラミックフィルタが得られる。

(実施例)

以下に本発明の実施例を添付図面に基いて説明する。

第1図は本発明方法で製造したセラミックフィ

質の混合物を用いてもよい。

また混合方法としては、ミキサー等の攪拌混合機を用いてもよいが、アルミナ微粒子とジルコニア微粒子とを所定の割合でボールミルを用いて水等の溶媒に混合分散させ、この分散液を前記アルミナ粗粒子に添加する方法か、アルミナ粗粒子とアルミナ-ジルコニア混合微粒子とを表面融合装置内で混合してアルミナ粗粒子表面にアルミナ-ジルコニア混合微粒子を融合付着せしめる方法が有利である。

この後、上記の混合粉体に成形用助剤としてメチルセルロース及び水を添加して混練し、押出し成形機を用いて円筒状、平板状等所定形状の成形体を作成し、この成形体を乾燥せしめた後、所定温度(例えば 1730°C)で焼成した。尚、成形方法としては例えばラバープレス法などの適宜成形方法が利用できる。また本実施例では、複層構造のセラミックフィルタを例示したが、本発明のセラミックフィルタはその平均細孔径が $0.05 \sim 100 \mu\text{m}$ であれば単層構造でもよい。すなわ

ルタの全体斜視図、第2図はアルミナ粗粒子と微粒子の拡大図であり、セラミックフィルタ1は厚さ約 1 mm で長さが約 200 mm の円筒状をなし、外側を平均気孔径が約 $10 \mu\text{m}$ の支持体2とし、内側を平均気孔径の小さな緻密層3とし、支持体2を本発明方法によって製造している。

次に支持体2の製造方法を述べる。原料としてはアルミナ (Al_2O_3) 粗粒子と、アルミナ-ジルコニア ($\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$) 混合微粒子を用意する。アルミナ粗粒子4...は第2図に示すように骨材として使用しその平均粒径は $20 \sim 30 \mu\text{m}$ とし、アルミナ-ジルコニア混合微粒子5...は焼結助剤として使用しその平均粒径は $0.1 \sim 0.3 \mu\text{m}$ とする。そして、アルミナ粗粒子とアルミナ-ジルコニア混合微粒子との混合割合は例えば重量比で $10:2$ とし、原料全体中のアルミナの割合が $80 \sim 99 \%$ となるようにする。ここで、アルミナ-ジルコニア混合微粒子としては、水酸化アルミニウム及びオキシ塩化ジルコニウム等の酸化するアルミナとジルコニアを生成する物

ち、少なくとも上記範囲の平均細孔径を有する層を1層有していればよい。平均細孔径の調整は骨材として使用する粗粒アルミナの粒径で容易になり得る。

次に、アルミナの割合と強度、耐久性との関係について実験した結果を第3図乃至第5図に示す。ここで、第3図は微粒子中のアルミナの $\text{wt}\%$ と初期強度との関係を示すグラフ、第4図は微粒子中のアルミナの $\text{wt}\%$ と耐久試験後強度との関係を示すグラフ、第5図は粗粒子を含む原料全体中のアルミナの $\text{wt}\%$ と初期強度、耐久試験後強度との関係を示すグラフである。尚、耐アルカリ性試験は約 60°C に加熱した $20\% \text{ NaOH}$ 水溶液中に試験片を20時間浸漬した後に、曲げ強度を測定することで行ない、耐酸性試験は約 60°C に加熱した $36\% \text{ HCl}$ 水溶液中に試験片を20時間浸漬した後に、曲げ強度を測定することで行なった。

これらのグラフから明らかなように、アルミナ-ジルコニア混合微粒子中のアルミナの割合は9

0 wt %以下とし、更にアルミナ粗粒子を含めた原料全体中のアルミナの割合は80～99 wt %とする必要がある。また、耐アルカリ性、耐酸性を両立するためには、アルミナ—ジルコニア混合微粒子のアルミナの割合は20～40 wt %とすることが望ましく、低い焼成温度でより高い強度を有するには、全体のアルミナ含有率は90～95 wt %とすることが望ましい。

(効果)

以上に説明したように本発明によれば、アルミナ粗粒子に対し、90 wt %以下のアルミナを含むアルミナ—ジルコニア混合微粒子を粗粒子を含めた全体に対するアルミナの割合が80～99 wt %となるように混合し、次いでこの混合体に成形助剤及び水を加えて混練して成形した後焼結するようにしたので、濾過膜として要求される所定の気孔径及び気孔率を備え且つ耐アルカリ性及び耐酸性に優れたセラミックフィルタを比較的低い温度で焼成することができる。

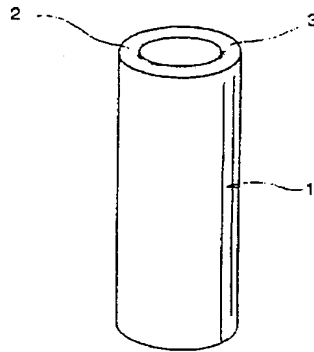
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明方法で製造したセラミックフィルタの全体斜視図、第2図はアルミナ粗粒子と微粒子の拡大図、第3図は微粒子中のアルミナのwt %と初期強度との関係を示すグラフ、第4図は微粒子中のアルミナのwt %と耐久試験後強度との関係を示すグラフ、第5図は粗粒子を含む原料全体中のアルミナのwt %と初期強度及び耐久試験後強度との関係を示すグラフである。

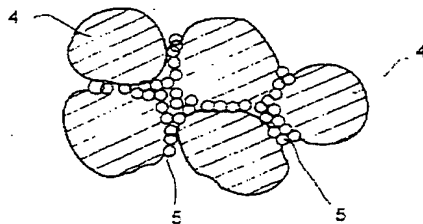
尚、図面中1はセラミックフィルタ、2は支持体、4はアルミナ粗粒子、5はアルミナ—ジルコニア微粒子である。

特許出願人	東陶機器株式会社
代理人	井理士 下田 容一郎
同	井理士 大橋 邦彦
同	井理士 小山 有

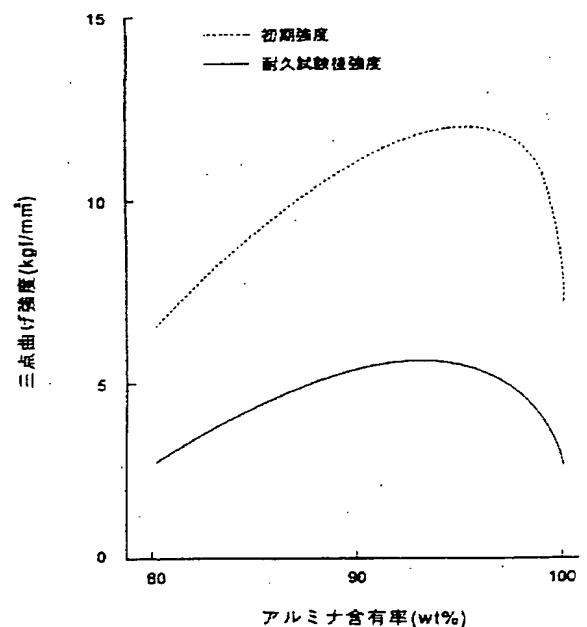
第1図



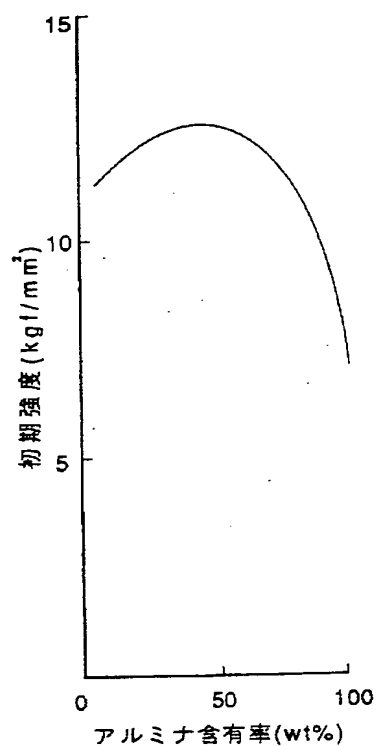
第2図



第5図



第 3 図



第 4 図

